

PAT-NO: JP401119620A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01119620 A

TITLE: MANUFACTURE OF SHEET METAL OF FE-NI MAGNETIC ALLOY

PUBN-DATE: May 11, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

ETO, MASATOSHI

OGURA, TSUGIO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

NIPPON MINING CO LTD

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP62277485

APPL-DATE: November 4, 1987

INT-CL (IPC): C21D008/12, C21D006/00 , C22C019/03 , C22C038/00 ,
C22C038/08
 , C22F001/10 , H01F041/02

ABSTRACT:

PURPOSE: To manufacture a material having superior D.C. magnetic properties and reduced in high frequency loss by cold-rolling an Fe-Ni alloy to a specific thickness, applying magnetic annealing to the resulting cold-rolled sheet, and then subjecting the above to cold working and annealing treatment under respectively specified conditions to form a sheet metal of a specific thickness.

CONSTITUTION: An Fe-Ni alloy is refined and cast into an ingot, which is cold-rolled to $\leq 100\mu$ thickness and then subjected to magnetic annealing consisting of holding in a nonoxidizing atmosphere of dry oxygen,

etc., at

\geq about $1,000^{\circ}\text{C}$ for \geq about 10min and cooling down to room temp.

Subsequently, the above sheet is subjected to slight-degree cold working at

$\leq 10\%$ draft and then to annealing treatment consisting of holding in a

nonoxidizing atmosphere of dry oxygen, etc., at $\geq 700^{\circ}\text{C}$ for $\geq 5\text{min}$ and

cooling down to room temp. The above slight-degree working and annealing

treatment are alternately applied once or plural times, respectively, to form a

sheet metal of $< 50\mu$ thickness. By this method, an extra thin magnetic sheet

metal (foil) material increased in average crystalline grain size and remarkably improved in D.C. and A.C. magnetic properties can be obtained.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

⑫ 公開特許公報(A) 平1-119620

⑪ Int. Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	⑬ 公開 平成1年(1989)5月11日
C 21 D 8/12		A-8417-4K	
		C-7518-4K	
C 22 C 19/03		E-6813-4K	
	3 0 3	S-6813-4K	
		B-6793-4K	
C 22 F 1/10		G-8123-5E	審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)
H 01 F 41/02			

⑭ 発明の名称 Fe-Ni系磁性合金薄板の製造方法

⑮ 特 願 昭62-277485

⑯ 出 願 昭62(1987)11月4日

⑰ 発 明 者 衛 藤 雅 俊 神奈川県高座郡寒川町倉見3番地 日本鋳業株式会社倉見工場内

⑱ 発 明 者 小 倉 次 夫 神奈川県高座郡寒川町倉見3番地 日本鋳業株式会社倉見工場内

⑲ 出 願 人 日本鋳業株式会社 東京都港区虎ノ門2丁目10番1号

⑳ 代 理 人 弁理士 並川 啓志

明 細 書

造方法に関するものである。

〔発明の技術的背景と問題点〕

1. 発明の名称

Fe-Ni系磁性合金薄板の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) Fe-Ni系合金を100 μ m以下の板厚に冷間圧延後、磁性焼鈍を行い、次に加工度10%以下の冷間加工及び非酸化性の雰囲気中で、700℃以上の温度に5分以上保持する焼鈍処理をそれぞれ1回若しくは複数回交互に行って、板厚50 μ m未満の薄板とすることを特徴とするFe-Ni系磁性合金薄板の製造方法。

(2) 前記冷間加工及び焼鈍処理をそれぞれ1回若しくは複数回交互に行って、板厚20 μ m以下とすることを特徴とする特許請求の範囲第1項に記載するFe-Ni系磁性合金薄板の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔発明の分野〕

本発明は、特に高周波磁界の下で用いるのに適した鉄-ニッケル(Fe-Ni)系磁性合金薄板の製

造方法に関するものである。
Fe-Ni系合金の代表的な磁性合金としてパーマロイがある。パーマロイはA級(70~80%Ni、残Fe)、B級(40~50%Ni、残Fe)、C級(70~80%Niの他に特殊成分を含む、残Fe)、D級(35~40%Ni、残Fe)、E級(45~55%Ni、残Fe)など各種のものがあ、これらはその特性に応じて継電器、磁極片、トランス、変成器、磁気シールド、磁気ヘッド、磁気増幅器などに使用されている。

上記のようなパーマロイは規則格子変態をもっている、ので熱処理によりその磁性は非常に敏感に変化する性質を有している。また、結晶粒径によっても磁性は著しく変化する。

このようなFe-Ni系磁性材料の中で高周波磁界の下で用いる磁性材料は、実効透磁率が高くてコア損失の小さいことが要求される。特に最近の各種エレクトロニクスデバイスでは、小型化、高性能化、高信頼性が強く要求されており、その

解決法の一つにインダクター及びトランスに使用される磁性材料の高周波化 (kHz-MHz) が考えられている。

そこで最近、溶湯急冷法により製造される非晶質金属の研究開発が行われているが、この製造方法は高製造コストであることや非晶質構造の緩和にともなう透磁率の経時変化などがあるため、実用化に問題がある。

このようなことから、従来から高周波磁界中で用いられる磁心として、圧延による磁性薄板が用いられており、そしてこの磁性薄板の渦電流損失の低減を図るために板厚をなるべく薄くする方策がとられてきた。しかし、板厚をある程度以上薄くすると直流ヒステリシス損失がかえって増大し、薄板化による渦電流損失低減の効果に問題を生じた。この点をさらに詳しく述べると、従来の圧延材を磁性焼鈍することによって製造された金属磁心は、その板厚が薄くなるほど、特に $50\mu\text{m}$ 以下になると保磁力が増大しかつ最大透磁率が低下してきて、直流磁気特性が劣化する現象がみられ

た。一方、圧延された薄板の平均結晶粒径は、板厚にほぼ比例している。

以上のことから、薄板化による直流磁気特性の劣化は、板厚の減少にともなって結晶粒が微細化し、磁壁の運動をピンニングする粒界の数が増大するために生じたものであると考えられる。したがって、板厚 $50\mu\text{m}$ 未満の極薄板 (箔) の Fe-Ni 系合金 (パーマロイ) の直流及び交流磁気特性を改善するためには、結晶粒径を極力大きくした (できればその板厚以上に大きくした) 極薄板 (箔) を作る必要があることが分かった。

〔発明の構成〕

本発明者らは、かかる点に鑑み本発明に至ったものである。すなわち、本発明は、Fe-Ni 系合金を $100\mu\text{m}$ 以下の板厚に冷間圧延後、磁性焼鈍を行い、次に加工度 10% 以下の冷間加工及び非酸化性の雰囲気中で、 700°C 以上の温度に5分間以上保持する焼鈍処理をそれぞれ1回若しくは複数回交互に行って、板厚 $50\mu\text{m}$ 未満の薄板とすることを特徴とする Fe-Ni 系磁性合金

薄板の製造方法及び前記冷間加工及び焼鈍処理をそれぞれ1回若しくは複数回交互に行って、板厚 $20\mu\text{m}$ 以下とすることを特徴とする前記記載の Fe-Ni 系磁性合金薄板の製造方法を提供するものである。

〔発明の具体的説明〕

次に本発明における条件の限定理由などを以下に詳細に述べる。

本発明においては、まず素材となる Fe-Ni 系合金 (パーマロイ) を溶製後インゴットに鋳造し、これを鍛造、熱間圧延を行った後、酸洗を行い、続いて冷間圧延及び焼鈍を必要に応じて繰返して必要な板厚寸法に圧延していく。この冷間圧延での目標板厚は、 $100\mu\text{m}$ 以下とする。この後、磁性焼鈍を行う。磁性焼鈍は乾燥水素などの非酸化性の雰囲気中で、 1000°C 以上の温度に10分間以上保持した後、適当な冷却速度で室温まで冷却する。磁性焼鈍後、直流及び交流磁気特性を改善するためにさらに軽加工・焼鈍処理を行う。すなわち磁性焼鈍後の材料に加工度 10% 以

下の軽度の冷間加工を施し、再結晶焼鈍すると結晶は成長して、組織は粗大結晶粒によって占められる。粗大結晶粒の成長のための必要条件は与えられた冷間加工エネルギーが、結晶成長を行うに十分であって、しかもなるべく核発生が少なくなるよう、低加工度にすることである。また、軽加工・焼鈍処理時の熱処理は、乾燥水素などの非酸化性の雰囲気中で 700°C 以上の温度に5分間以上保持し、適当な冷却速度で室温まで冷却することが望ましい。この熱処理は、必要に応じて前記磁性焼鈍と同様な条件で行い、補完的な磁性焼鈍を兼ねることもできる。以上の軽加工・焼鈍処理をそれぞれ1回若しくは、複数回交互に行うことにより、平均結晶粒径が大きい、好ましくはその板厚以上に大きな結晶粒径をもつ極薄板 (箔) の Fe-Ni 系合金 (パーマロイ) を得ることができる。このようにして直流及び交流磁気特性を著しく改善した極薄板 (箔) 磁性材を製造することができる。

本発明の Fe-Ni 系合金は上記のようにパー

マロイを包括するものであるが、磁気特性や耐食性、耐摩耗性等を改善するために合金成分（例えば、Cr、Mo、W、Co、Ca、Mn、Cu、V、Nb、Ta、Ti、Al、Si、Mg、希土類元素等）を総量で10%以下含有する合金は当然上記Fe-Ni系合金に含まれるものである。

なお、本発明において薄板又は極薄板と記載しているものは箔を包含し、板厚は箔の厚さをも意味している。それは、板厚100 μ m以下あるいは20 μ m以下の記載から自ずと明らかである。

〔発明の効果〕

本発明は、冷間圧延材をそのまま磁性焼鈍するのみの通常の製造行程では得られない優れた直流磁気特性と高周波損失の小さい材料が得られ、このような本発明の開発によって電子機器の小型化及び性能の向上に著しく貢献することができる。

〔実施例〕

次に本発明の実施例について説明する。

冷間圧延によって板厚100 μ m以下（50 μ m～100 μ m、好ましくは20 μ m超～100

μ m）としたFe-Ni系パーマロイ合金に磁性焼鈍を施した後、軽加工・焼鈍処理をそれぞれ1回若しくは複数回交互に繰返して、板厚を20 μ mにした。磁性焼鈍条件は、乾燥水素雰囲気中で1100℃で1時間加熱後炉冷する条件で行った。軽加工・焼鈍処理の熱処理も磁性焼鈍条件と同様の条件とした。このようにして作製した材料より、磁気特性測定用の10 ϕ -6 ϕ リング試料をフォトリソ法により作製した。本実施例に用いたFe-Ni系合金は、45Ni-FeパーマロイB系合金、80Ni-5Mo-Fe及び78Ni-4Mo-5Cu-FeのパーマロイC系合金である。

第1表に本発明による極薄板パーマロイの化学成分と製造行程を示す。また、それらの磁気特性、平均結晶粒径、励磁周波数1kHz及び100kHzにおける1周期当りのコア損失の測定結果も第1表に併記する。また、本発明例と比較例のコア損失の周波数依存性の一例を第1図に示す。

第1表から明らかなように、本発明例のC系パ

ーマロイ①～⑥は、比較例のC系パーマロイ⑦～⑪に対し直流及び交流磁気特性が優れている。第1図に示したように、測定周波数全域にわたって、本発明例の方が比較例よりも、低コア損失となっている。同様に本発明例のB系パーマロイ⑫～⑭は、比較例のB系パーマロイ⑮～⑰に対し、直流及び交流磁気特性が優れている。本発明例②、④～⑥及び①～③は、軽加工・焼鈍処理を2回繰返したもので、軽加工・焼鈍処理を1回しか行っていない①、④及び⑥よりも、平均結晶粒径が粗大化しており、直流及び交流磁気特性が優れている。

したがって、軽加工・焼鈍処理を複数回繰返すことで、直流及び交流磁気特性の一層の改善効果が得られる。比較例⑧、⑩、⑬及び⑯は、加工度が50%と大きいため、熱処理によって結晶粒の粗大化が起こらず、直流及び交流磁気特性の改善効果が得られていない。

軽加工・焼鈍処理における加工度の制限について以下に示す。磁性焼鈍を行った、78Ni-4Mo-5Cu-FeのパーマロイC系合金に対し、

第 1 表

			化 学 成 分 (重 量 %)				製 造 工 程 () 内 の 数 値 は 板 厚 (μ m)				磁 性 特 性				平均結晶粒径 (μ m)
			Ni	Mo	Cu	Fe					保 磁 力 Hc (Oe)	最大透磁率 μ max	コア損失 (J/m ³) W (1kHz) W (100kHz)		
本 発 明	(X1) PC	①	80.1	4.9	—	残	冷間圧延 (21) → 磁性焼鈍 (X3) → 軽加工・焼鈍 A (X4) → (20)	0.038	99,600	1.5	8.0	29			
		②	80.0	5.1	—	残	冷間圧延 (22) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (20)	0.022	130,400	1.2	7.1	62			
		③	78.3	4.1	5.1	残	冷間圧延 (21) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A → (20)	0.033	105,100	1.4	7.8	30			
		④	78.0	3.9	5.1	残	冷間圧延 (22) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (20)	0.020	132,000	1.1	6.7	74			
		⑤	78.2	4.0	5.2	残	冷間圧延 (90) → 加工・焼鈍 B (2回) → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (20)	0.019	133,500	1.0	6.5	70			
		⑥	78.0	4.1	5.1	残	冷間圧延 (45) → 加工・焼鈍 B → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (20)	0.020	138,800	0.9	6.6	74			
		⑦	78.3	4.1	5.1	残	冷間圧延 (20) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (18)	0.022	125,100	2.1	6.2	54			
		⑧	78.0	3.9	5.1	残	冷間圧延 (28) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (25)	0.018	152,000	0.9	8.2	85			
		⑨	78.2	4.0	5.2	残	冷間圧延 (45) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (40)	0.016	164,500	0.7	12.5	110			
	(X2) PB	⑩	44.8	—	—	残	冷間圧延 (21) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A → (20)	0.172	22,400	8.0	20.2	33			
⑪		45.2	—	—	残	冷間圧延 (22) → 磁性焼鈍 → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (20)	0.133	38,000	6.1	16.0	65				
⑫		45.0	—	—	残	冷間圧延 (90) → 加工・焼鈍 B (2回) → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (20)	0.135	40,100	6.0	15.8	70				
⑬		45.1	—	—	残	冷間圧延 (45) → 加工・焼鈍 B → 軽加工・焼鈍 A (2回) → (20)	0.130	40,500	6.0	15.6	72				
比 較 例	PC	⑭	80.3	5.0	—	残	冷間圧延 (20) → 磁性焼鈍 → 加工・焼鈍 B (X5) → (20)	0.048	81,500	1.8	8.9	21			
		⑮	78.2	3.9	5.1	残	冷間圧延 (20) → 磁性焼鈍 → 加工・焼鈍 B (2回) → (20)	0.041	92,400	1.7	8.3	23			
		⑯	77.9	3.9	5.0	残	冷間圧延 (40) → 磁性焼鈍 → 加工・焼鈍 B (2回) → (20)	0.044	87,700	1.7	8.6	22			
		⑰	78.0	4.0	5.0	残	冷間圧延 (80) → 磁性焼鈍 → 加工・焼鈍 B (2回) → (20)	0.049	80,300	1.8	8.3	20			
	PB	⑱	45.1	—	—	残	冷間圧延 (20) → 磁性焼鈍 → 加工・焼鈍 B → (20)	0.190	22,100	9.2	21.2	20			
		⑲	45.3	—	—	残	冷間圧延 (40) → 磁性焼鈍 → 加工・焼鈍 B → (20)	0.184	23,400	9.1	21.5	23			
		⑳	45.0	—	—	残	冷間圧延 (80) → 磁性焼鈍 → 加工・焼鈍 B (2回) → (20)	0.195	21,000	9.4	21.0	20			

(X1) PC・・・C系パーマロイ：80Ni-5Mo-Fe、78Ni-4Mo-5Cu-Fe合金

(X2) PB・・・B系パーマロイ：45Ni-Fe合金

(X3) 磁性焼鈍・・・1100℃×1時間 → 炉冷、乾燥水素雰囲気中

(X4) 軽加工・焼鈍A・・・加工度5%の加工後、1100℃×1時間 → 炉冷、乾燥水素雰囲気中の焼鈍を施す。

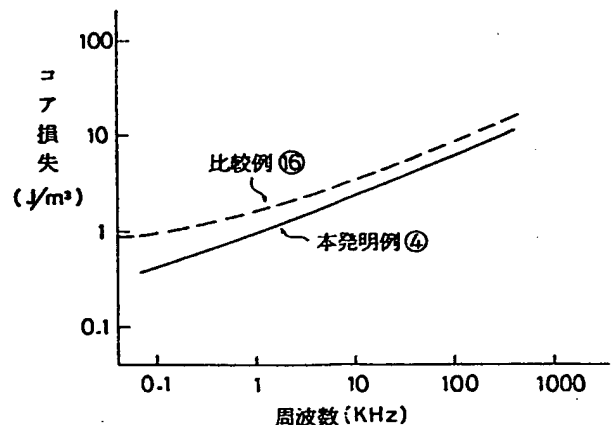
(X5) 加工・焼鈍B・・・加工度50%の加工後、1100℃×1時間 → 炉冷、乾燥水素雰囲気中の焼鈍を施す。

2～95%の加工度で冷間圧延を施し、最終板厚を50μmとした後、磁性焼鈍を行った材料の加工度と平均結晶粒径の関係を第2図に示す。第2図より加工度が10%を超えた材料では、板厚以上の粗大な結晶粒は得られず、加工度10%以下の軽度の圧延を行い、焼鈍した材料にその板厚を超える結晶成長が生じている。

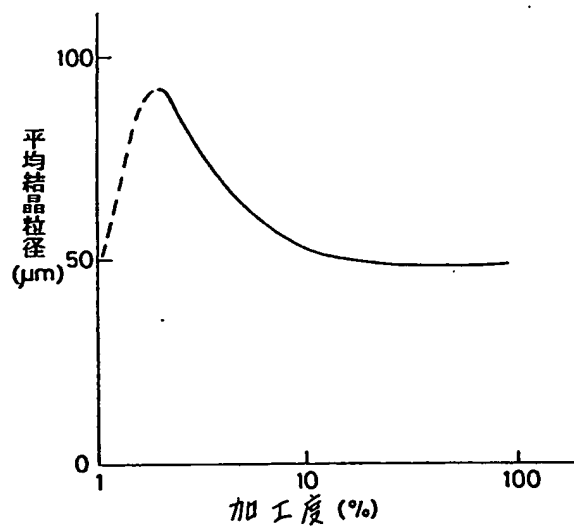
4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明例及び比較例におけるコア損失の周波数依存性示すグラフであり、第2図は、78Ni-4Mo-5Cu-FeのパーマロイC系合金の加工度と焼鈍後の材料の平均結晶粒径の関係を示すグラフである。

特許出願人 日本鉱業株式会社
代理人 弁理士(7569)並川啓志



第 1 図



第 2 図